

USADA 0187

Châtenay-Malabry, le 25 juillet 2006

28423

RAPPORT D'ANALYSE N° 178/07-1*Votre demande d'analyses conventionnelles***Prélèvement(s) du Dr BORDABERRY**

Sport : Cyclisme (UCI)
Épreuve et lieu : TDF 2006 : 17^{ème} étape à Morzine
Date : 20/07/2006

Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :

Date : 20/07/2006
Type de matériel : Berlinger
Nombre d'échantillon(s) : 1 (sur 3 échantillons reçus)
Référence de(s) l'échantillon(s) : 178/07_995474

Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA/réglementation nationale : Contrôle en compétition)

Date de début des analyses : 21/07/2006

Méthodes de dépistage utilisées : chromatographies gazeuse (ES02, ES02C*, ES04, ES05*) et liquide (ES03, ES03B*) couplées ou non à la spectrométrie de masse, immunochimie (ES06) et colorimétrie (ES08B*).

Conclusions : ($pH = 5.2$ $d = 1.025 \pm 0.002$)**T/E estimé à 11.4** (*variation maximale admissible = 30%*)Concentration de Testostérone estimée après correction par la densité à 45.4 ng/mL
(*Variation maximale admissible = 20 %*)Concentration d'Epitestostérone estimée après correction par la densité à 3.9 ng/mL
(*Variation maximale admissible = 30 %*)**Rapport supérieur au seuil de 4**

* Hors portée de l'accréditation COFRAC.
Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 2 page(s).

1/2

RAPPORT D'ANALYSE N° 178/07-1 (SUITE)

Conclusions (Suite) :

L'analyse complémentaire par spectrométrie de masse de rapport isotopique indique une origine exogène des métabolites de la Testostérone, cohérente avec une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

L'origine exogène des métabolites de la Testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 3.99 ‰ et 6.14 ‰, respectivement pour les métabolites Androstérone et 5α-Androstanediol.

Résultat exprimé par rapport au seuil de positivité de l'AMA :

- Appauvrissement isotopique > à 3 ‰ (*variation maximale admissible appliquée au laboratoire = 0.8‰*)

Dépistage : Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (ES04)

Confirmation : Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (EC24D) et spectrométrie de masse de rapport isotopique GC-IRMS (EC31)

NB : Autres essais (ES02, ES02C*, ES03, ES03B*, ES05*, ES06 et ES08B*) : Recherche de substances dopantes négative

J. de CEAURRIZ
Directeur

Destinataires :

- Union Cycliste Internationale – C. VARIN (CH 1860 AIGLE - SUISSE)
- Président du Conseil de Prévention et de Lutte contre le Dopage (39 rue St Dominique- 75700 PARIS)

Pour information :

- J. SOUBLIERE : WADA (fax n°00.1.514.904.18.00)
- Dr. GENSON - Chargé d'instruction à la Fédération Française de Cyclisme (4 rue du Poète – 33700 MERIGNAC)

* Hors portée de l'accréditation COFRAC.

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 2 page(s).

2 / 2

USADA 0190

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-Remisconf-01 Version : B Date : 15/01/2004 1/1
FICHE DE REMIS - Confirmation		

Date de la première préparation :	290706
Répertoire de la première analyse :	MSD 20/1/66/2207/17807474
Numéro de série :	178/07
Numéro échantillon :	995174
Produit confirmé :	TIE
Type d'analyse :	Quali - <u>Semi quanti</u> - Quant - EPO (*)
Remis le :	230706

(*) Entourer la mention correspondante à la confirmation effectuée

Cause : SI Scubb dans l'apliquat le échantillon hydrolysé, Pie à l'inhibiteur de dénaturation observé au screening.

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier d'analyse de la série.

CONFIDENTIEL

Codification : L-CONF-01

Date : 09/06/2006

1/3

LNDD

ENREGISTREMENT
(LISTE)

ASSURANCE QUALITE

LNDD

LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE

SPECIMEN

Produits confirmés	Essai	Instructions	Mod op extraction	Mod op analyse	Type d'analyse
Stimulants(*)	EC08	I-CONF-08	M-EX-01B	M-AN-02	GC/Quad (SCAN)
Methylamphétamine	EC09F	I-CONF-09F	M-EX-02D	M-AN-42	GC/Quad (SCAN)
Formes L et D de l'Amphétamine et de la Methylamphétamine	EC57	I-CONF-57	M-EX-57	M-AN-57	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11	I-CONF-11	M-EX-05	M-AN-12	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11A	I-CONF-11A	M-EX-05A	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11B	I-CONF-11B	M-EX-05B	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Surveillance AMA : Cafeine		I-CONF-12C	M-EX-06	M-AN-02B	GC/Quad (SCAN)
Quali éphédrines	EC13A	I-CONF-13A	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Quanti éphédrines	EC13B	I-CONF-13B	M-EX-08B	M-AN-15	GC/Quad (SIM)
Quanti Noréphédrines	EC13C	I-CONF-13C	M-EX-08A	M-AN-16	GC/Quad (SIM)
Surveillance AMA : Ephedrines	EC13D	I-CONF-13D	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Betabloquants (*)	EC09	I-CONF-09B	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Betabloquants (*)par MBA	EC14A	I-CONF-14A	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Bétabloquants (*) par MBA (sans hydrolyse)	EC14B	I-CONF-14B	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Atenolol (LC)	EC56B	I-CONE-56B	M-EX-56	M-AN-56	HPLC/MS3 ESI
Stupéfiants (*)	EC09A	I-CONF-09A	M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Etilefrine	EC09C	I-CONF-09C	M-EX-02D	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Etilefrine	EC09E	I-CONF-09E	M-EX-02B	M-AN-34B	GC/Trappe (MS2)
Hydromorphone	EC09D	I-CONF-09D	M-EX-02E	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
THC-M	EC25	I-CONF-25	M-EX-18	M-AN-28	GC/Quad (SIM)
Cocaine -M	EC26	I-CONF-26	M-EX-19	M-AN-29	GC/Quad (SCAN)
Quali morphine	EC27A	I-CONF-27A	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
Quanti morphine	EC27B	I-CONF-27B	M-EX-20	M-AN-30B	GC/Quad (SIM)
Semi quanti Morphine : surveillance ministère	EC27C	I-CONF-27C	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE	EC10A	I-CONF-10A	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE à bas seuil	EC10E	I-CONF-10E	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS2)
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse)	EC10B	I-CONF-10B	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse) à bas seuil	EC10F	I-CONF-10F	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS2)
Anabolisants (*) Hexane	EC19	I-CONF-19D	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Clenbuterol	EC18D	I-CONF-18D	M-EX-13B	M-AN-20C	GC/Trappe (MS3)

LNDD	ENREGISTREMENT (LISTE)	Codification : L-CONF-01 Date : 09/06/2006 2/3
LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE		

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

Epimethendiol 17Epimethandienone 6betaOHmethandienone Methyltestosterone M1,M2	EC19C	I-CONF-19C	M-EX-04E	M-AN-21E	GC/Trappe (SCAN)
Epioxandrolone, Oxandrolone, Turinabol-M	EC20	I-CONF-20	M-EX-14E	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
3'OH Stanozolol (SI=25ng/mL)	EC21B	I-CONF-21B	M-EX-13B	M-AN-22B	GC/Trappe(MS2)
Zeranol et Taleranol (α et β Zearalanol)	EC39B	I-CONF-39B	M-EX-39	M-AN-39	HPLC/MS3 ESI
Quali 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23A	I-CONF-23A	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Quali 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23B	I-CONF-23B	M-EX-14	M-AN-24B	GC/Trappe (MS2)
Stabilité 19Nor		I-CONF-23E	M-EX-14D	MAN25B	GC/Quad (SCAN)
Quanti 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23C	I-CONF-23C	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)
Quanti 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23D	I-CONF-23D	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)
Semi Quanti T/E	EC24D	I-CONF-24D	M-EX-04B	M-AN-27	GC/Quad (SIM)
β -Trenbolone	EC22	I-CONF-22	M-EX-17	M-AN-23	HPLC/MS2 APCI
Anabolisants * LCMS	EC22A	I-CONF-22A	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS2 ESI
Anabolisants * LCMS	EC22B	I-CONF-22B	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS3 ESI
Analyse C12/C13 des métabolites de la testosterone	EC31	I-CONF-31	M-EX-24	M-AN-52 M-AN-41	GC/MS (SCAN) GC/C/IRMS
Terbutaline	EC18B	I-CONF-18A	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)
Reprotorol, Fenoterol	EC34	I-CONF-34	M-EX-34	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Salbutamol	EC18B	I-CONF-18B	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)
Salbutamol en MS2	EC18E	I-CONF-18E	M-EX-13A	M-AN-59	GC/Trappe (MS2)
Quanti Salbutamol >500ng/mL	EC18G	I-CONF-18G	M-EX-13A	M-AN-19C	GC/Quad (SIM)
EPO	ES07	I-CONF-07	M-EX-28 / 28B	M-AN-43	Immunodetection
HES	EC30	I-CONF-30	M-EX-22	M-AN-35	GC/MS (SCAN)
Hormones peptidiques : LH - β -hCG	EC06	I-CONF-06	Inclus dans M-AN-08	- M-AN-08 - M-AN-53	- Immunoaffinité - Immunofluorescence - Immunochromatographie - Immunochromatographie - Qualitative
Triamterene	EC40	I-CONF-40	M-EX-40	M-AN-40	GC/Quad (SCAN)
Diurétiques *	EC28A	I-CONF-28A	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI
Diurétiques *	EC28B	I-CONF-28B	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS3 ESI
Thiazides	EC36A	I-CONF-36A	M-EX-36	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI
Amiloride	EC33A	I-CONF-33A	M-EX-02A	M-AN-46	HPLC/MS2 ESI

LNDD	ENREGISTREMENT (LISTE)	Codification : L-CONF-01 Date : 09/06/2006 3/3
LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE SPECIMEN		

Exemestane	EC37	I-CONF-37	M-EX-27	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Tamoxifène-M, Clomiphène-M	EC35	I-CONF-35	M-EX-35	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Glucocorticoïdes *	EC32A	I-CONF-32A	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS2 ESI
Glucocorticoïdes *	EC32B	I-CONF-32B	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS3 ESI

* : Terme générique, pour connaître le détail des molécules concernées consulter l'instruction I-CONF-correspondante

CONFIDENTIEL

Date de création	Motif	Date diffusion
A	Création du document.	29/09/2003
B	Ajout colonne des Essais + Mises à jour (I-CONF-19D, I-CONF-19C)	05/04/2004
C	changement d'identification des essais de confirmation ajout des conf LC, IRMS, HES, immuno et EPO	27/09/2004
D	Ajout de la confirmation qualitative reproterol, fenoterol Ajout de la confirmation quali / semi quantitative de la morphine (surveillance ministère) Modification de certains modes opératoires d'analyses suite à la suppression du saturn 2004 Ajout de la confirmation du Clomiphene-M et du Tamoxifène Ajout de la confirmation de l'alpha et béta trenbolone par LCMS3	14/02/2005
E	Recodification des essais EC09, EC28, EC32, EC22	07/02/2006
F	Ajout de la conf quali GC/MS2 du Salbutamol Ajout de la Conf LC/MS3 pour les métabolites du zéaranalol Ajout de la conf CG /SM des formes L et D de l'amphétamine et de la Methylamphétamine Ajout de la confirmation générale en GC/MS2 des anabolisants	09/06/2006

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX-04B Version : E Date : 01/12/2005 1 / 3
METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE		

Documents cités : E-TE-03A, M-P-05, I-EX-11, M-P-03B, I-TRAC-03A

SPECIMEN

Attention : les temps d'hydrolyse et de dérivation doivent impérativement être respectés.

Remplir la fiche de préparation E-TE-03A

Tableau récapitulatif des étapes à réaliser en fonction de l'aliquote à traiter

Désignation	Lavage à l'ether <i>étapes en gris clair</i>	Hydrolyse <i>étapes en trait épais</i>	Extraction - évaporation - dérivation <i>étapes en trait normal</i>
Blanc urinaire	*		*
Références	*		*
Aliquote échantillon	*	*	*
Aliquote échantillon sans hydrolyse			*
Cq urinaire			*

Opérations



Matériel

Tube à vis (13*100)
Pipette Biohit 1-5mL, cône

Réactifs et produits

CONFIDENTIEL



Dispensette
Rolling

Diethylether (S06)



Centrifugeuse 4000tr/min

APPLICABLE le



Pipette Pasteur
Poire de prélèvement

01 DEC. 2005



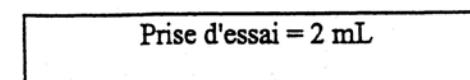
Bain à sec

Azote

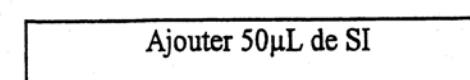


Becher

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD



Tube échantillon Gilson (12.5*100)
Pipette Biohit 1-5mL, cône



Pipette à poussée positive
Cône eppendorf

17aMethyltestosterone
(SI3-) à 4mg/L

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX-04B Version : E Date : 01/12/2005 2 / 3
METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE		

Ajouter la (ou les) substance(s) recherchée(s) dans le test de performance et les références	Pipette à poussée positive Cône eppendorf	SPECIMEN
Ajuster à pH =7	Papier pH 0-14 Vortex	Flacon compte gouttes K2CO3 et CH3COOH
Ajouter 1mL de tampon pH = 6.5	Pipette Biohit 1-5mL, cône	Tampon pH=6.5 à +4°C (cf M-P-05)
Agiter	Vortex	
Ajouter une goutte de betaglu dans l' aliquote échantillon à hydrolyser	Compte gouttes	betaglucuronidase à +4°C (b-glu)
Boucher et agiter 1 sec	Vortex	
Hydrolyser 60 min à 55°C	Etuve	
Centrifuguer 5 min	Centrifugeuse 4000tr/min	
Extraire sur SPE GILSON selon I-EX-11 (application anabo)	Gilson Cartouche SPE C18 Tube recueil Gilson (12.5* 100)	
Transvaser les éluats	Tube à vis (13*100)	
Evaporer environ 30 min	Bain à sec à 60°C, soufflettes	Azote
Dériver en tube fermé 20 min à 60°C avec 50µL de réactif H	Bain à sec à 60°C Seringue Hamilton 100µL	Réactif H2 (cf M-P-03B)
Conditionner en vial plastique préalablement identifiés selon I-TRAC-03A	Vial plastique	

LNDD

MODE OPÉRATOIRE

Codification : M-EX-04B

Version : E

Date : 01/12/2005

3 / 3

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE
L'EPITESTOSTERONE

Opération	Personne compétente	Date	Signature
rédigé par	Esther CERPOLINI	30/11/2005	<i>Cerpolini</i>
vérifié par	Nathalie MECHIN	30/11/2005	<i>Mechin</i>
vérifié par	Aurélie LAURENT	01/12/2005	<i>Laurent</i>
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	01/12/2005	<i>De Ceaurriz</i>

HISTORIQUE DES MODIFICATIONS

N° Version	Motif	Date
B	Création du document.	15/09/2003
C	Révision biennale + - l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) ajout de I-CONF-24D et I-CONF-24E	10/09/2004
D	Suppression de I-CONF-24E Ajout des consignes concernant le cq urinaire	18/04/2005
E	Ajout d'un synthèse pour clarifier les différentes étapes que doit subir le cq, le blanc urinaire l'aliquote échantillon ...	01/12/2005

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

USADA 0197

186

EXTRACTION LIQUIDE/SOLIDE : METHODE ANABO

Documents cités : I-M-01, I-N-35

Matériel utilisé : ASPEC XL4

Méthode : Anabo

Durée d'extraction pour une ligne de 4 tubes : environ 23 min

Type de cartouches utilisées : Bond Elut C18 200 mg 3 mL

1. Disposition des solvants

Réservoirs : Eau ultrapure

Voie A : Méthanol

Voie B : Hexane *Etiquette 4/02/05*

Voie C : Tert-butyl méthyl époxyde (TBME)

Voie D : Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v)

SPECIMEN

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

CONFIDENTIEL

2. Préparation des solvants

Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v) :

- Prélever 100 mL de méthanol à l'aide d'une éprouvette.
- Les transvaser dans une fiole jaugée de 1L de catégorie A.
- Compléter avec de l'eau ultrapure jusqu'au trait de jauge.
- Boucher et agiter manuellement.
- Conserver ce mélange dans une bouteille fermée et identifiée avec le contenu, la date de préparation et le code op du préparateur.

3. Lancement de la séquence d'analyse

Effectuer les primes et les purges selon I-M-01.

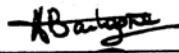
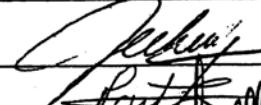
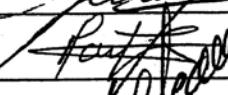
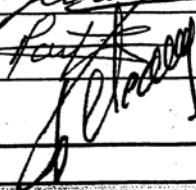
Lancer l'extraction selon I-N-35.

4. Résumé de la méthode d'extraction

Etape	Solvant / Fluide	Volume / Temps	Débit (mL/min)
Rinçage aiguille	Eau ultrapure		
Conditionnement cartouche	Méthanol	2 mL	4
Conditionnement cartouche	Eau ultrapure	2 mL	8
Dépôt de l'échantillon	Echantillon	3,5 mL	2
Rinçage cartouche	Mélange Eau/Méthanol	2 mL	4
Séchage	Azote	3 min	
Rinçage cartouche	Hexane	3 mL	6
Séchage	Azote	2 min	
Elution	TBME	4 mL	4

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX-11 Version : A Date : 14/02/2005 2 / 2
------	-------------	---

EXTRACTION LIQUIDE/SOLIDE : METHODE ANABO

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Agnès BARLAGNE	11/02/2005	
vérifié par	Nathalie MECHIN	11/02/2005	
vérifié par	Sandrine MARTIN	14/02/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	14/02/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	14/02/2005

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03A Version : M Date : 13/09/2005
------	----------------	---

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES POUR LA CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC

Echantillon :	178107 994 995674	Mode opératoire d'extraction :	M-Ex-01B
Date	Appareil	Température en °C	Valeur affichée
990706	pHmet n° : 7	29.9	5.92

990706	Refract n° 2	1.025	1.025
--------	--------------	-------	-------

Date de mise à l'ambiant de l'échantillon 920706 Heure de mise à l'ambiant : 9h05

Prise d'essai PE : 2 mL Heure de la PE : 10h50 Paraphe : E

Donneur	Densité	Facteur de dilution	Vol (en mL)	Vol eau ajouté (en mL)
Echantillon		1/ 1		
Blanc	1.022	1/ 1		

Substance (TP, REF, SI ...)	Code sol ref	Conc sol ref	Volume prélevé en µL						Conc ref dans PE en ng /mL					
			1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
SI : Methyltestostérone	ST3-016	1mg/L	50						100					
Epitestostérone	H7-033	1ng/L	10	68					9.5	78				
	H7-032	1ng/L		60						30				
	H7-033	10ng/L			12						60			
Testostérone	H10-035	1ng/L	6	60					2	30				
	H10-036	10ng/L		36						180				
	H10-031	10ng/L		72						360				

Opération	Date	Heure début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Lavage	990706	11h02	11h24		E
Evaporation	990706	11h40	12h05	Bain à sec n° : à froid	E
Incubation				T (°C):	
Mise à pH	990706	12h10		Code tampon : T 190706-07	E
Hydrolyse	990706	12h12	13h17	Dlu enzyme : 92108106	E
				Etuve n° : 5	
Extraction	990706	13h30	14h45	Dlu NH4OH : RT n° : Gilson n° : 1	E
Stockage				Lieu :	
Evaporation	990706	14h50	15h35	Bain à sec n° : 17	E
Dérivation	990706	15h40	16h00	Dérivation 1 Bain à sec n° : 13 Micro onde Code ou dlu du réactif 1 : 02108107	E
				Dérivation 2 Bain à sec n° : Dlu réactif 2 :	
Evaporation				Bain à sec n° :	
Reprise					
Stockage				Lieu :	

dlu : date limite d'utilisation

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

USADA 0200

181

TOPLEVEL PARAMETERS

Method Information For: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Method Sections To Run:

(X) Save Copy of Method With Data
() Pre-Run Cmd/Macro =
(X) Data Acquisition
(X) Data Analysis
() Post-Run Cmd/Macro =

Method Comments:

Quantification du rapport Testosterone /Epitestosterone MSD20 injection en split

END OF TOPOLEVEL PARAMETERS

INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

Sample Inlet: GC
Injection Source: GC ALS
Mass Spectrometer: Enabled

== 6890 GC METHOD

Initial temp: 160 'C (On)
Initial time: 0.00 min

Maximum temp: 325 °C
Equilibration time: 0.50 min

Ramps:

#	Rate	Final temp	Final time
1	4.00	255	0.00
2	30.00	300	2.75
3	0.0 (Off)		

Post temp: 0 °C
Post time: 0.00 min
Run time: 28.00 min

FRONT INLET (UNKNOWN)

BACK INLET ()

ON INLET (CHILLED)
Mode: Split
Initial temp: 280 'C (On)
Pressure: 175.0 kPa (On)
Split ratio: 12.1:1
Split flow: 11.7 mL/min
Total flow: 15.2 mL/min
Gas saver: Off
Gas type: Helium

COLUMN 1

COLUMN 2

Method: MAN27.M

Sat Jul 22 13:31:13 2006

Page:1

USADA 0201

188

Capillary Column
Model Number: Agilent 19091Z-002
HP-1, 0.2mm * 25m * 0.11um
Max temperature: 350 'C
Nominal length: 25.0 m
Nominal diameter: 200.00 um
Nominal film thickness: 0.11 um
Mode: constant pressure
Pressure: 175.0 kPa
Nominal initial flow: 1.0 mL/min
Average velocity: 41 cm/sec
Inlet: Front Inlet
Outlet: MSD
Outlet pressure: vacuum

(not installed)

FRONT DETECTOR (NO DET)

SIGNAL 1

Data rate: 20 Hz
Type: test plot
Save Data: Off
Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
Fast Peaks: Off
Attenuation: 0

BACK DETECTOR (NO DET)

SIGNAL 2

Data rate: 20 Hz
Type: test plot
Save Data: Off
Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
Fast Peaks: Off
Attenuation: 0

COLUMN COMP 1
(No Detectors Installed)

COLUMN COMP 2
(No Detectors Installed)

THERMAL AUX 2

Use: MSD Transfer Line Heater
Description: Interface
Initial temp: 280 'C (On)
Initial time: 0.00 min
Rate Final temp Final time
1 0.0(Off)

POST RUN
Post Time: 0.00 min

TIME TABLE

Time Specifier

Parameter & Setpoint

7673 Injector

Front Injector:

Sample Washes	0
Sample Pumps	0
Injection Volume	2.0 microliters
Syringe Size	10.0 microliters
PostInj Solvent A Washes	3
PostInj Solvent B Washes	3
Viscosity Delay	0 seconds
Plunger Speed	Fast
PreInjection Dwell	0.00 minutes
PostInjection Dwell	0.00 minutes

Back Injector:

No parameters specified

MS ACQUISITION PARAMETERS

General Information

Tune File : atune.u
Acquisition Mode : SIM

MS Information

Solvent Delay : 2.50 min
EM Absolute : False
EM Offset : 400
Resulting EM Voltage : 1752.9

[Sim Parameters]

GROUP 1

Group ID : 1
Resolution : Low
Plot 1 Ion : 301.3
Ions/Dwell In Group

(Mass, Dwell) (Mass, Dwell) (Mass, Dwell)
(209.3, 50) (301.3, 50) (327.3, 50)
(341.3, 50) (417.3, 50) (431.3, 50)
(432.4, 50) (446.4, 50) (522.5, 50)

[MSZones]

MS Quad : 150 C maximum 200 C
MS Source : 230 C maximum 250 C

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings

Sort By: Signal

Output Destination
Screen: No
Printer: Yes

Method: MAN27.M

Sat Jul 22 13:31:13 2006

Page:3

USADA 0203

18

File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Quantitative Report Settings

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes

Printer: No

File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantification Testostérone / Epitestostérone

Calibration Last Updated: Fri Jul 21 16:01:39 2006

Reference Window: 2.00 Minutes

Non-Reference Window: 1.00 Minutes

Correlation Window: 0.10 minutes

Default Multiplier: 1.00

Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

1) Méthyltestostérone (ISTD TR)
Ret. Time 20.91 min., Extract & Integrate from 20.41 to 21.41 min.

Lvl	ID	Conc (ng/ml)	Response
1		100.000	3723520
2		100.000	3989786
3		100.000	5093742

ISTD conc: 100.000 ng/ml
Curve Fit: Linear

2) Epitestostérone ()
Ret. Time 18.50 min., Extract & Integrate from 18.00 to 19.00 min.

Lvl	ID	Conc (ng/ml)	Response
1		5.000	149154
2		30.000	1136908
3		60.000	3173258

Curve Fit: Linear, forced through origin

Comment:

Operator: 18

Data Path: D:\Msd20\Jul106\2207

Pre-Seq Cmd:

Post-Seq Cmd:

Method Sections To Run

(X) Full Method

() Reprocessing Only

On A Barcode Mismatch

(X) Inject Anyway

() Don't Inject

Line	Type	Vial	DataFile	Method	Sample Name
1	Sample	1	R0	MAN14	instra
2	Sample	2	TP1H	MAN14	tp ep,neb 5 neb4 pep,neb 10
3	Sample	1	R1	MAN14	instra
4	Sample	3	BL01E	MAN14	blu ep,neb - neb pep,neb
5	Sample	4	17707480	MAN14	177/07 994180 ep,neb,neb pep
6	Sample	1	R2	MAN14	instra
7	Sample	5	BLUR1B	MAN14	blu ep,neb 5 neb4 pep,neb
8	Sample	2	REF1E	MAN14	blu ep,neb 10 neb5 pep,neb
9	Sample	6	REF2E	MAN14	blu ep,neb10 neb5 pep,neb
10	Sample	7	RT1	MAN27	itms
11	Sample	8	TPTE	MAN27	tp,te2
12	Sample	7	PS	MAN27	itms
13	Sample	X 9	BLUTE	MAN27	blute
14	Sample	X 10	17807474	MAN27	178/07 995474 te
15	Sample	X 11	1780774B	MAN27	178/07 995474 te SSH
16	Sample	7	R6	MAN27	itms
17	Sample	X 12	BLURTE	MAN27	blute
18	Sample	X 13	REF1TE	MAN27	blu t30 e5
19	Sample	X 14	REF2TE	MAN27	blu t180 e30
20	Sample	X 15	REF3TE	MAN27	blu t360 e60
21	Sample	16	CO1TE	MAN27	cq te 001
22					

Séquence vérifiée par:

Remarques:

DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings

Sort By: Signal

Output Destination

Screen: No
Printer: Yes
File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Qualitative Report Settings

Peak Location of Unknown: Apex

Library to Search Minimum Quality
DEMO.L 0

Integration Events: AutoIntegrate

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: No
Printer: Yes
File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantitative Report Settings

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes
Printer: No
File: No

Generate Report During Run Method: No

Method: MAN27.M

Mon Jul 24 12:55:02 2006

Page:1

USADA 0206

191

Reference Window: 2.00 Minutes
Non-Reference Window: 1.00 Minutes
Correlation Window: 0.10 minutes
Default Multiplier: 1.00
Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

- 1) Methyltestosterone (ISTD TR)

Ret. Time 20.92 min., Extract & Integrate from 20.42 to 21.42 min.

Signal	Rel Resp.	Pct. Unc. (rel)	Integration
Tgt	301.30		man27.e

Lvl	ID	Conc (ng/mL)	Response
1		100.000	4680010
2		100.000	4212735
3		100.000	5428625

Qualifier Peak Analysis ON ISTD conc: 100.000 ng/mL
Curve Fit: Linear

- 2) Epitestosterone ()

Ret. Time 18.51 min., Extract & Integrate from 18.01 to 19.01 min.

Signal	Rel Resp.	Pct. Unc. (rel)	Integration
Tgt	432.40		man27.e

Lvl	ID	Conc (ng/mL)	Response
1		5.000	181309
2		30.000	1100720
3		60.000	3350917

Qualifier Peak Analysis ON
Curve Fit: Linear, forced through origin

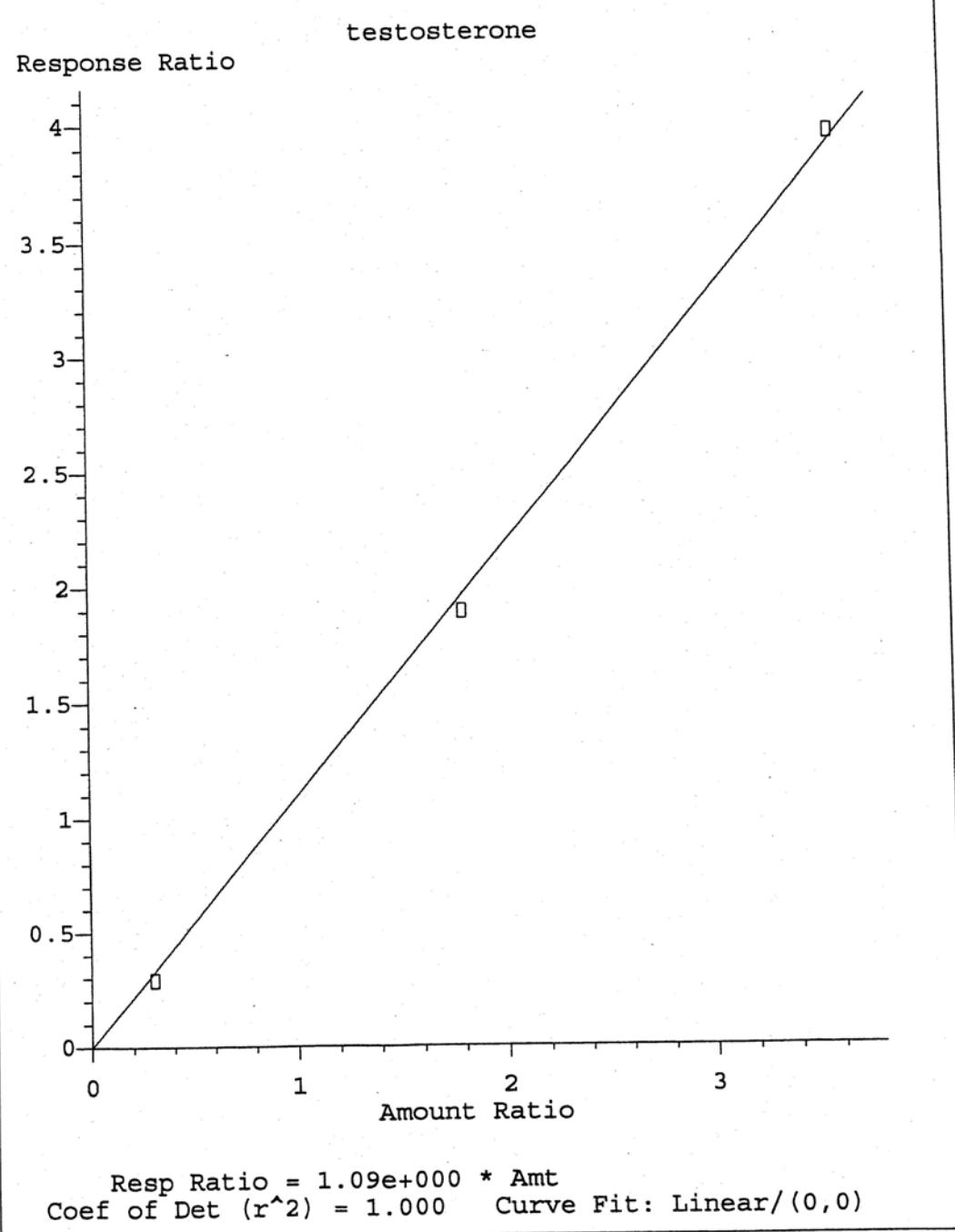
- 3) testosterone ()

Ret. Time 19.31 min., Extract & Integrate from 18.81 to 19.81 min.

Signal	Rel Resp.	Pct. Unc. (rel)	Integration
Tgt	432.40		man27.e

Lvl	ID	Conc (ng/mL)	Response
1		30.000	1359912
2		180.000	7964015
3		360.000	21495301

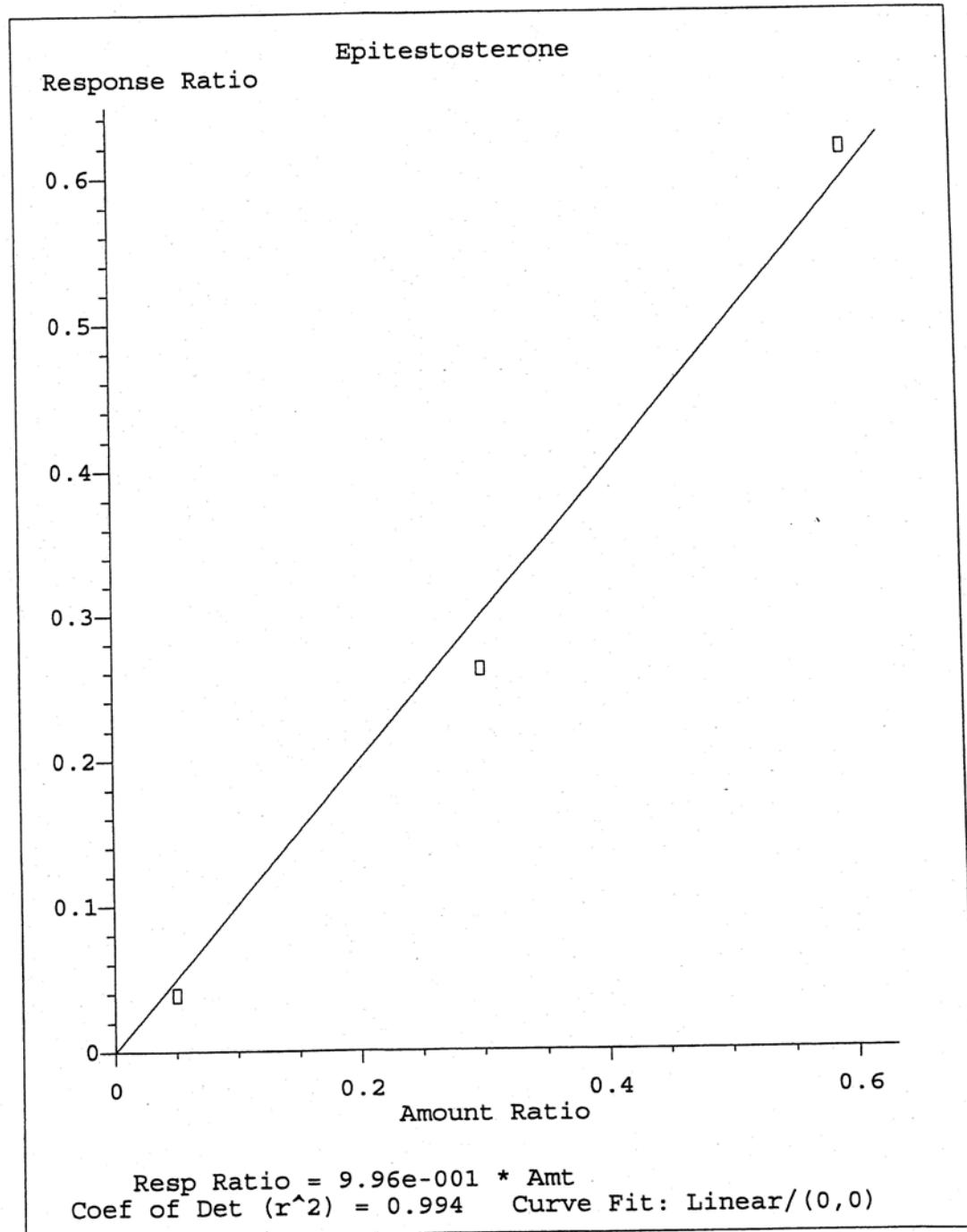
Qualifier Peak Analysis ON



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 12:54:54 2006

USADA 0208

198



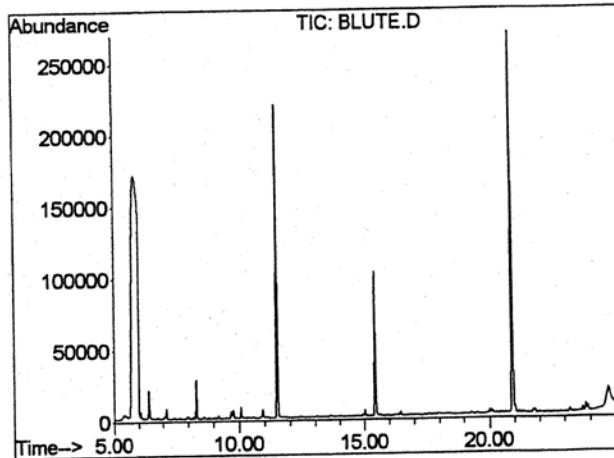
Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 12:54:54 2006

USADA 0209

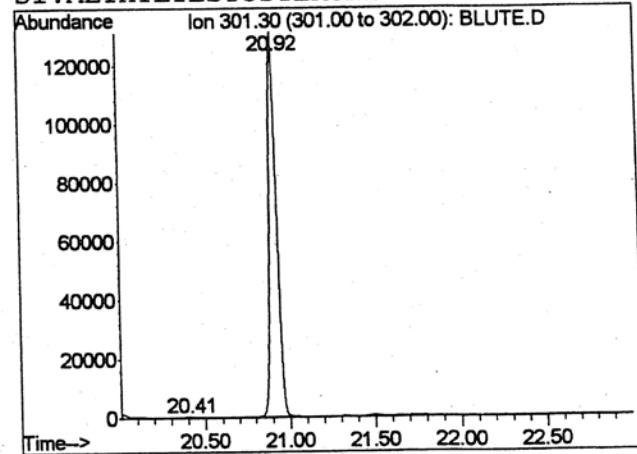
193

File: D:\Msd20\juil06\2207\BLUTE.D
Operator: 18
Date Acquired: 22 Jul 2006 17:31
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: blute
Misc Info:
Vial Number : 9

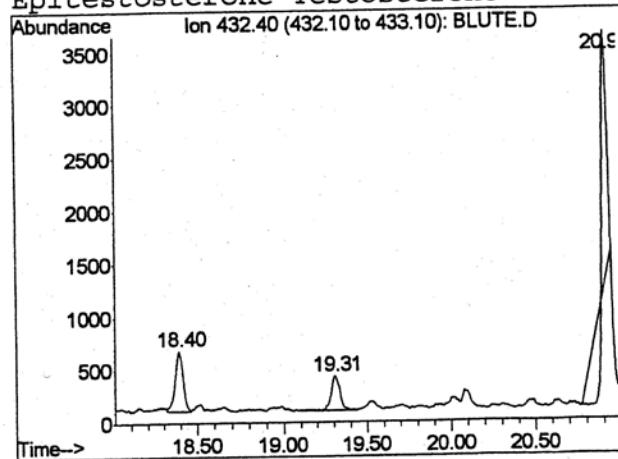
Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



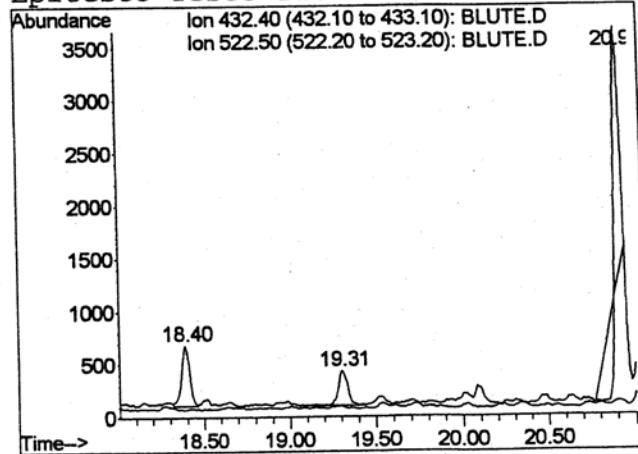
SI:METHYLTESTOSTERONE



Epitestosterone-Testosterone

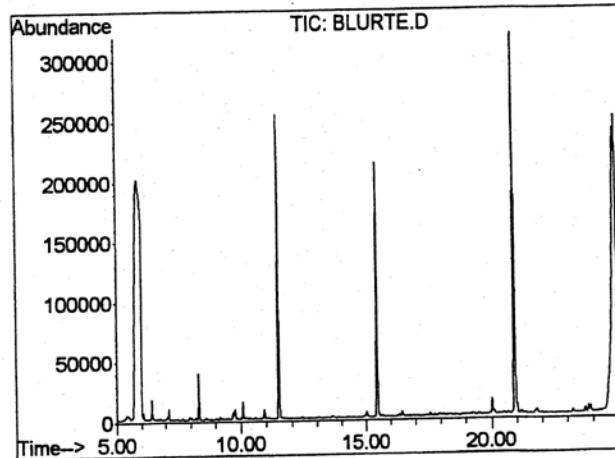


Epitesto-Testo-11betaOH A et E

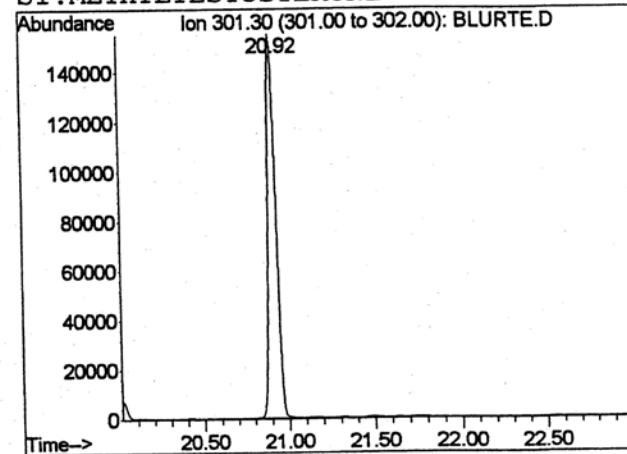


File: D:\Msd20\juil06\2207\BLURTE.D
Operator: 18
Date Acquired: 22 Jul 2006 19:35
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: blute
Misc Info:
Vial Number : 12

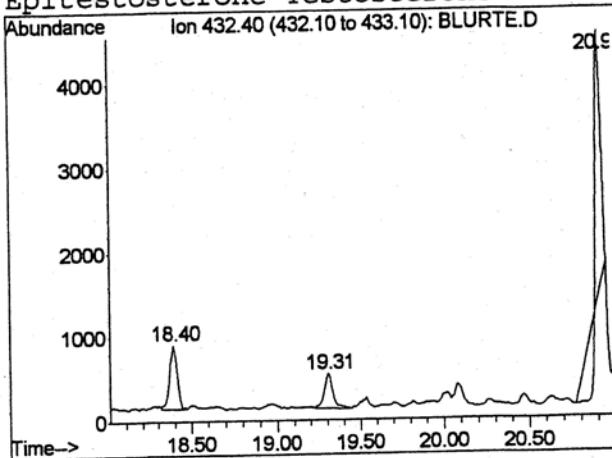
Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



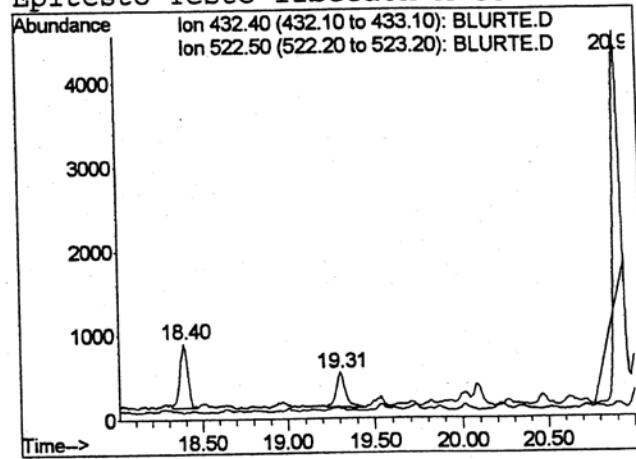
SI : METHYLTESTOSTERONE



Epitestosterone-Testosterone



Epitest-Testo-11betaOH A et E



Data File Path D:\MSD20\JUIL06\2207\
Data File Name 17807474.D
Operator 18
Date Acquired 7/22/2006 18:02
Acq. Method File MAN27
Sample Name 178/07 995474 te
Vial Number 10
Calibration Title Quantification du rapport T/E
Last Calibration Update Mon Jul 24 12:54:54 2006

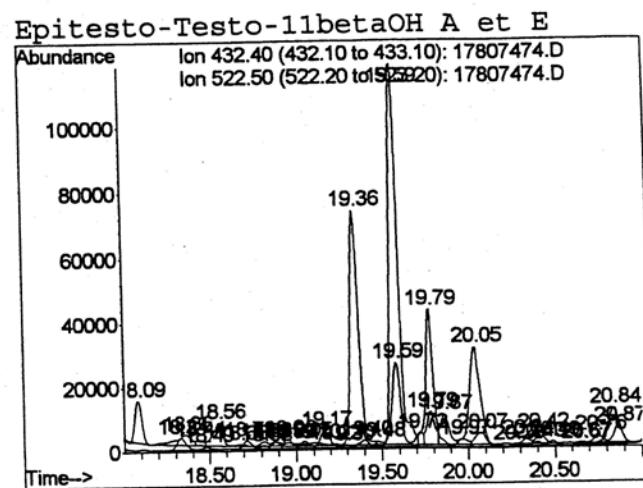
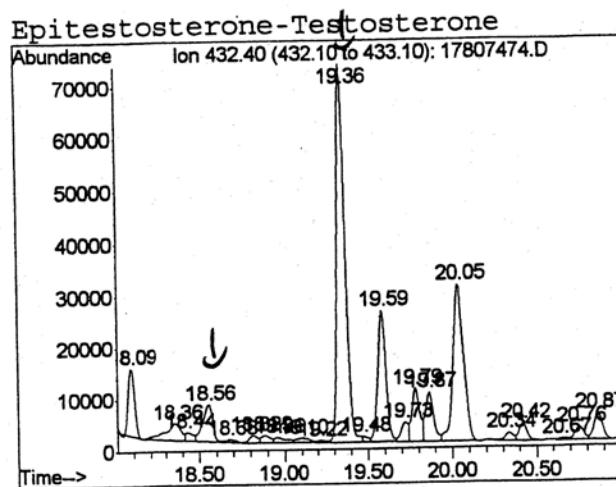
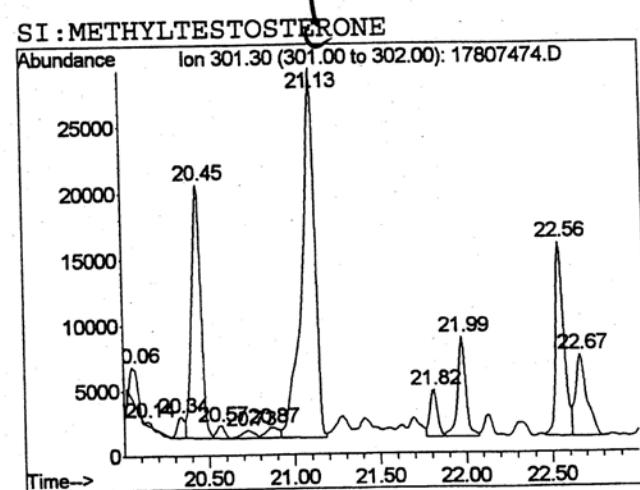
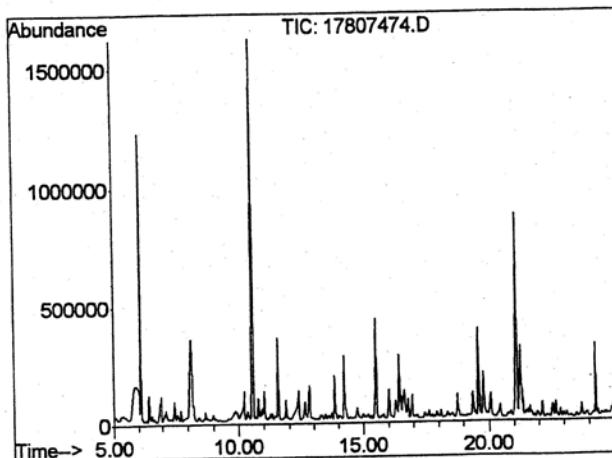
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	21.13	301.3	Methyltestosterone	1397296	100.00	ng/mL
2)		18.56	432.4	Epitestosterone	244818	17.59	ng/mL
3)		19.35	432.4	testosterone	2621497	172.23	ng/mL

Calcul du rapport T/E

Surface Concentration
10.7 9.8

File: D:\Msd20\juil06\2207\17807474.D
Operator: 18
Date Acquired: 22 Jul 2006 18:02
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: 178/07 995474 te
Misc Info:
Vial Number : 10

Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



Data File Path D:\MSD20\JUIL06\2207\
Data File Name 1780774B.D
Operator 18
Date Acquired 7/22/2006 18:33
Acq. Method File MAN27
Sample Name 178/07 995474 te SSH
Vial Number 11
Calibration Title Quantification du rapport T/E
Last Calibration Update Mon Jul 24 12:54:54 2006

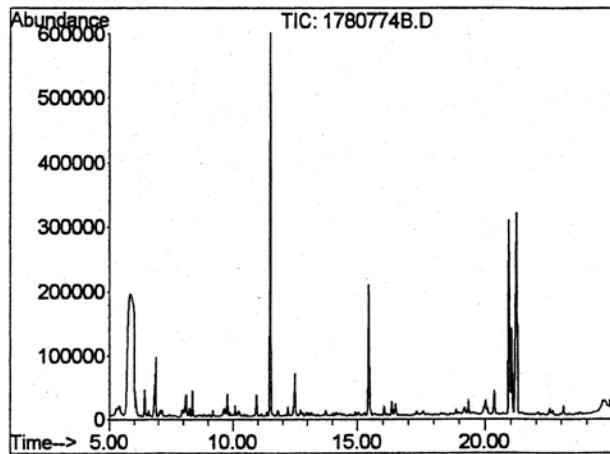
#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	20.94	301.3	Methyltestosterone	4818729	100.00	ng/mL
2)		18.61	432.4	Epitestosterone	4968	0.10	ng/mL
3)		19.36	432.4	testosterone	55662	1.06	ng/mL

Calcul du rapport T/E

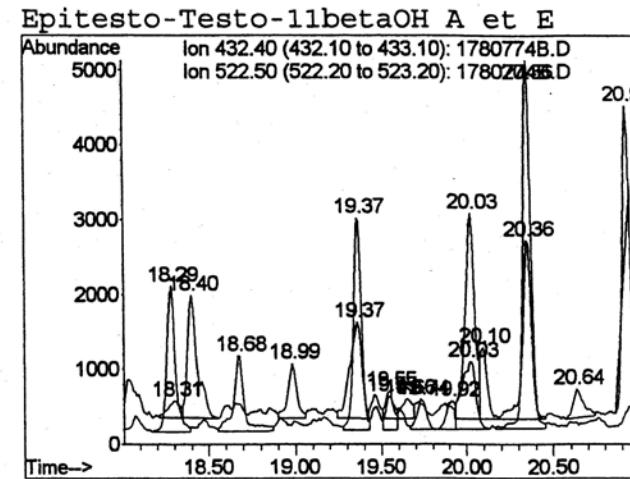
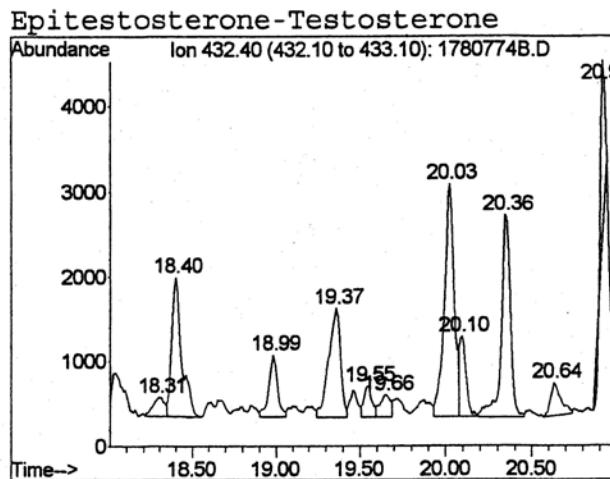
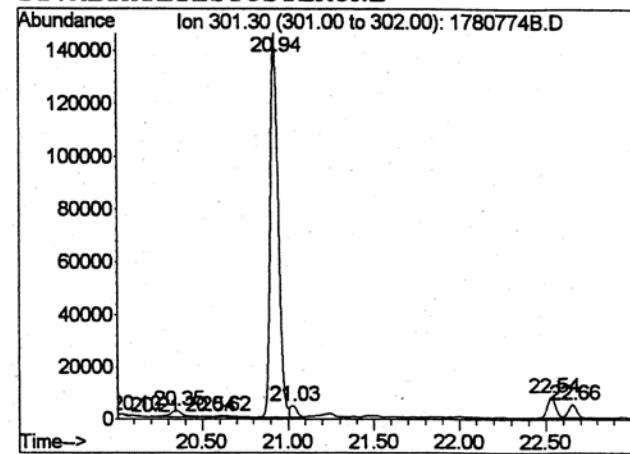
Surface Concentration
 11.2 10.2

File: D:\Msd20\juil06\2207\1780774B.D
Operator: 18
Date Acquired: 22 Jul 2006 18:33
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: 178/07 995474 te SSH
Misc Info:
Vial Number : 11

Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone

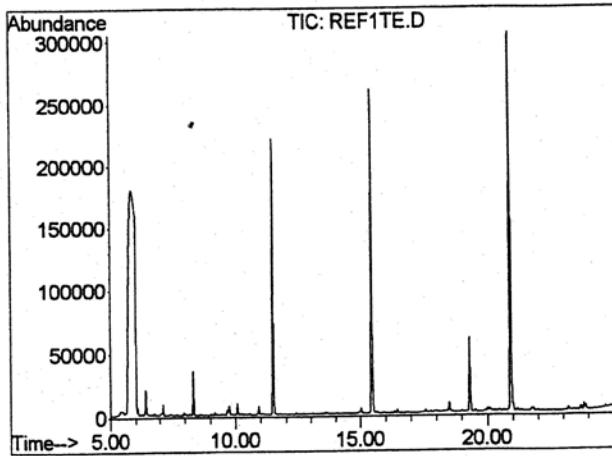


SI:METHYLTESTOSTERONE

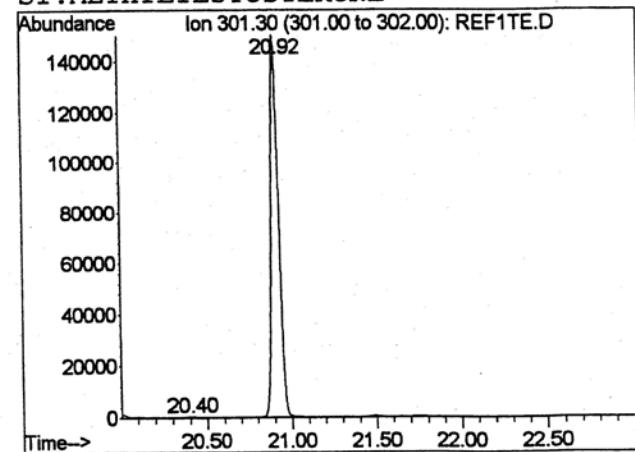


File: D:\Msd20\juil06\2207\REF1TE.D
Operator: 18
Date Acquired: 22 Jul 2006 20:05
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: blu t30 e5
Misc Info:
Vial Number : 13

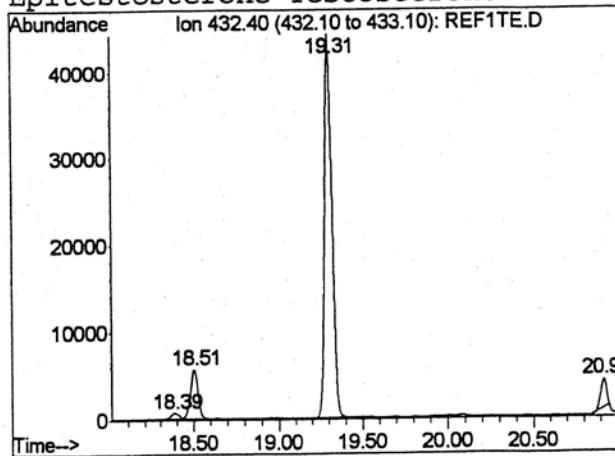
Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



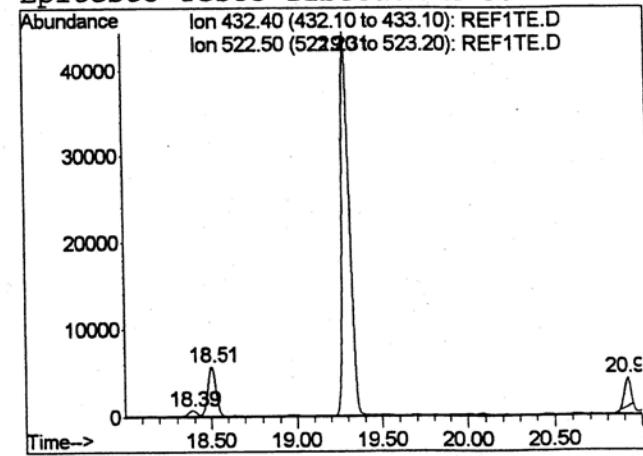
SI :METHYLTESTOSTERONE



Epitestosterone-Testosterone

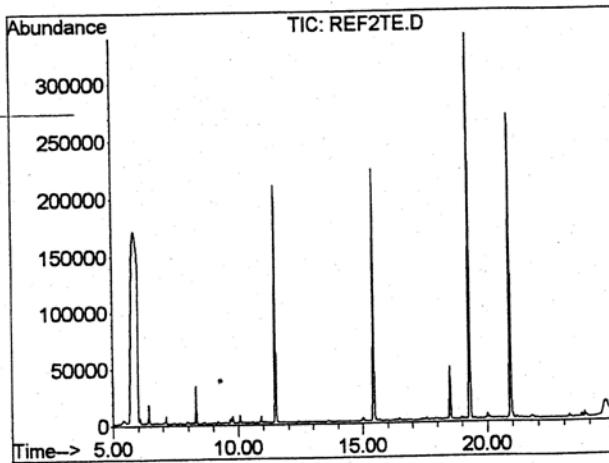


Epitest-Testo-11betaOH A et E

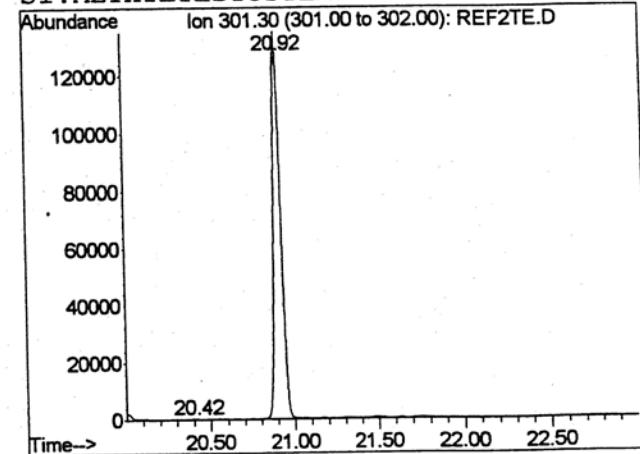


File: D:\Msd20\juil06\2207\REF2TE.D
Operator: 18
Date Acquired: 22 Jul 2006 20:36
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: blu t180 e30
Misc Info:
Vial Number : 14

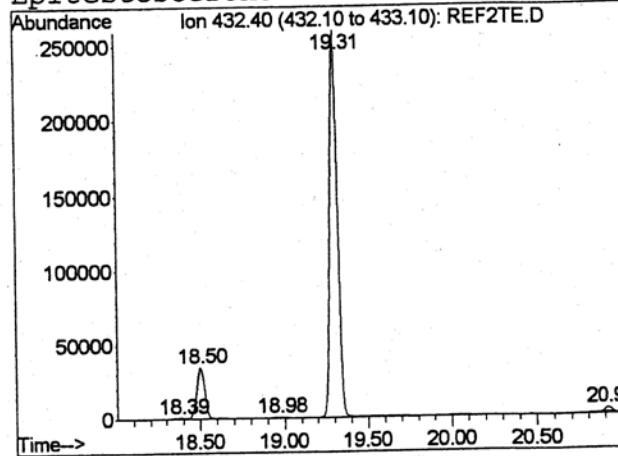
Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



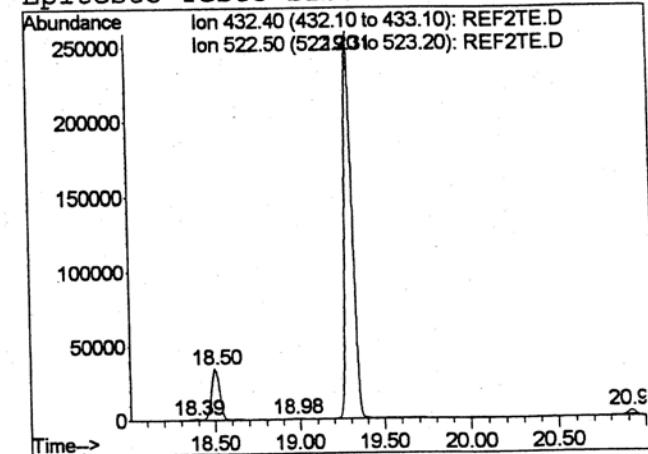
SI : METHYLTESTOSTERONE



Epitestosterone-Testosterone

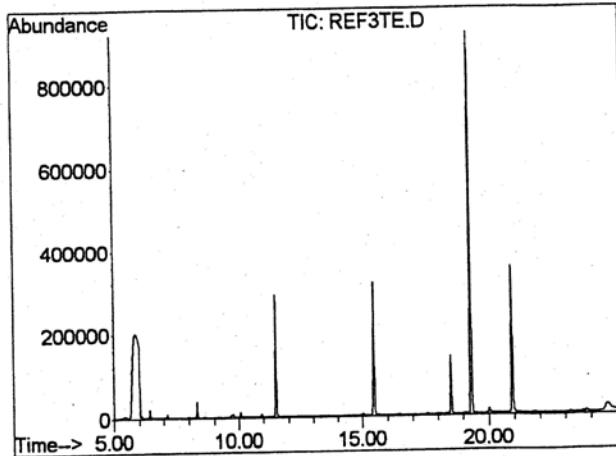


Epitesto-Testo-11betaOH A et E

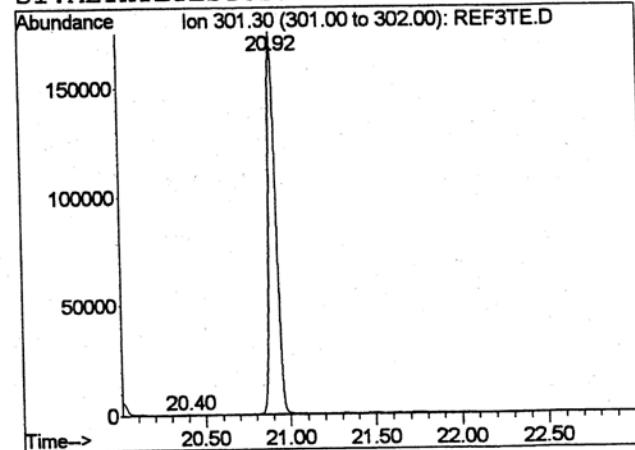


File: D:\Msd20\juil06\2207\REF3TE.D
Operator: 18
Date Acquired: 22 Jul 2006 21:07
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: blu t360 e60
Misc Info:
Vial Number : 15

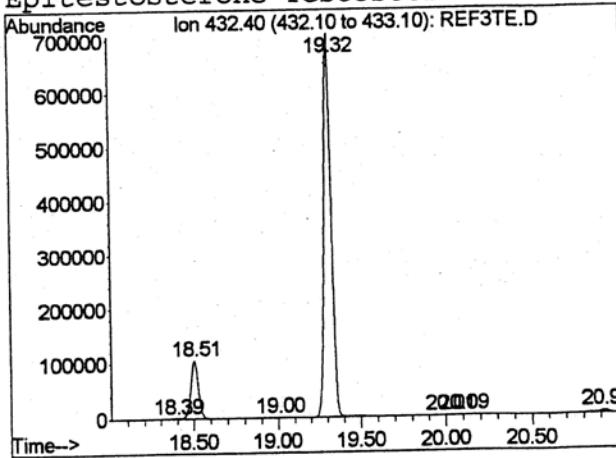
Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



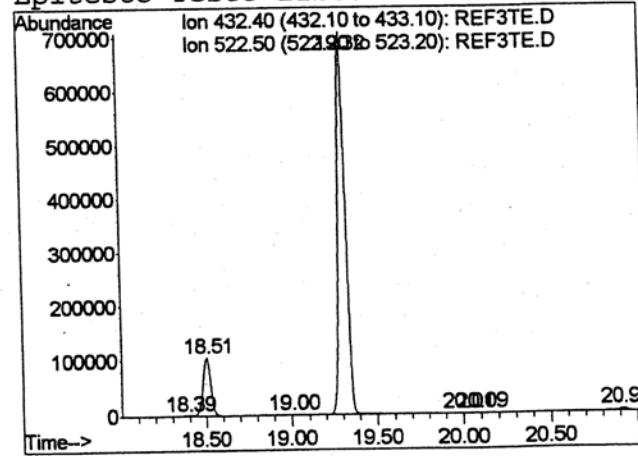
SI:METHYLTESTOSTERONE



Epitestosterone-Testosterone



Epitesto-Testo-11betaOH A et E



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11 Version : B Date : 08/03/2006 1/1
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM (screening et confirmation)		

Numéro d'identification de l'appareil :

MSD20

Date : 22/07/06

1 - Source d'ionisation

MSD Autotune : Ion 69 ou 219 majoritaire
 Autotune : Abondance de l'ion 502 > 3%
 Repeller < 35
Polaris Ion time > 2 ms

Oui	Non
✓	
✓	
✓	

Observations :

2 - Etanchéité du système

MSD 18/69 (H₂O), 28/69 (N₂), 32/69 (O₂),
 44/69 (CO₂) < 10%
Polaris Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18

Oui	Non
✓	

Observations :

3 - Sensibilité

Screening Recal / Mix conforme
Conf TP conforme - Fichier : TPT~~E~~
 TP conforme - Fichier : T~~P~~E
 TP conforme - Fichier :
 TP conforme - Fichier :
 TP conforme - Fichier :
 TP conforme - Fichier :

Oui	Non
✓	
✓	
✓	
✓	
✓	

Observations :

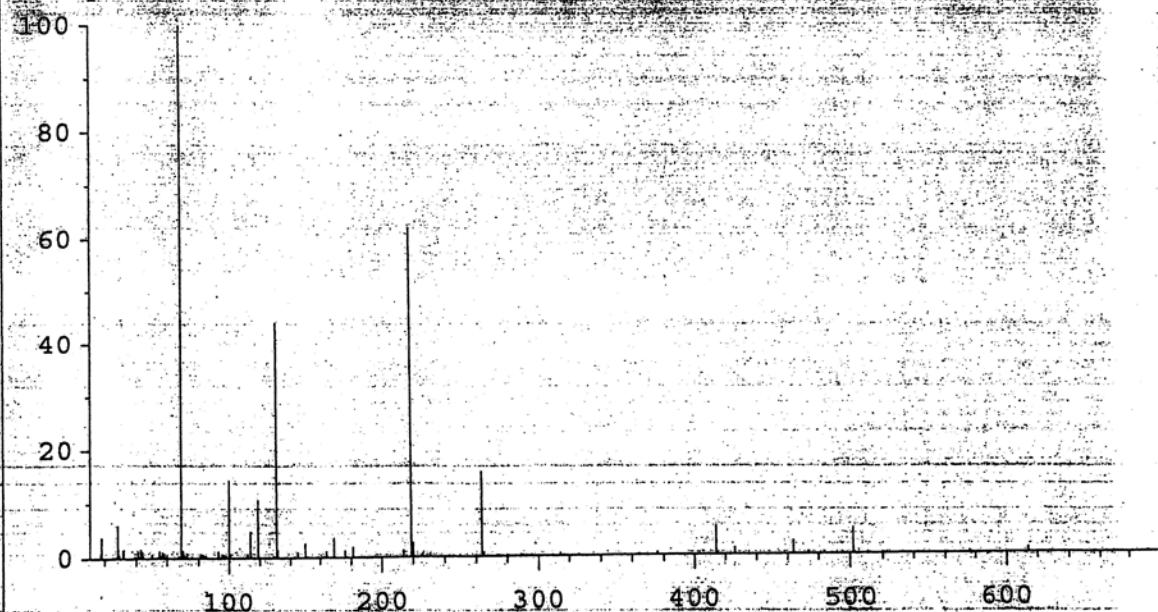
Code opérateur et paraphe :

18 E

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

Instrument: MSD-2000 Sat Jul 22 1972 07:20:00 DEAMS DCHROMA BASED ON VARIANCE.U

Scan: 10.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10
240 peaks Base: 69.00 Abundance: 441856



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso	Abund	Iso	Ratio
69.00	441856	100.00	70.00		6589		1.49
219.00	273984	62.01	220.00		11981		4.37
502.00	21504	4.87	503.00		2108		9.80

USADA 0220

204

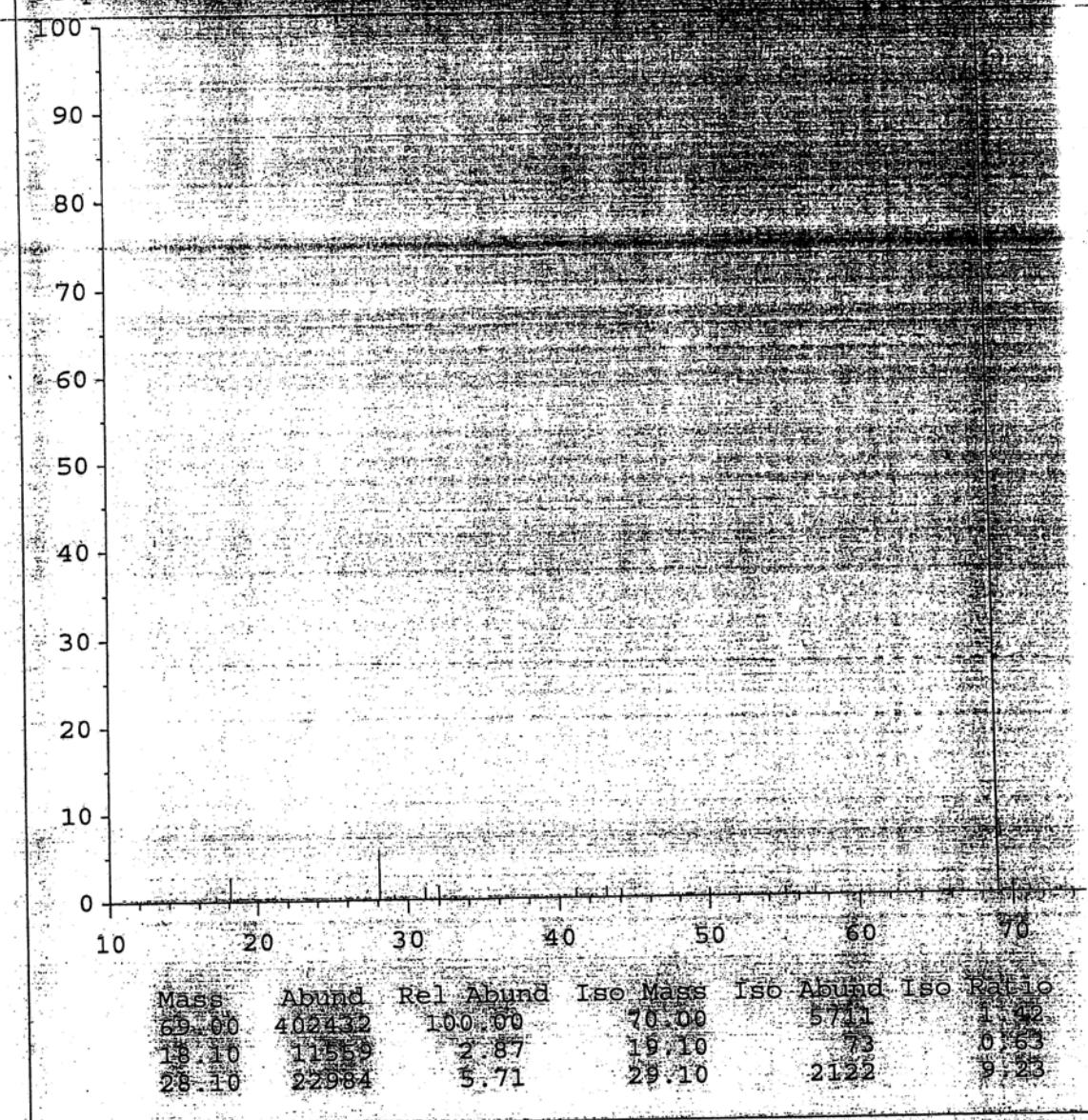
Instrument: MSD-20

Sat Jul 22 13:28:19 2006

DEMSDORFM1\5973\DATA\U

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 3 Thresh: 0 Step: 0.10

64 peaks - Base: 4.69:0.6 - Aquadance: 402432



Current Params used:

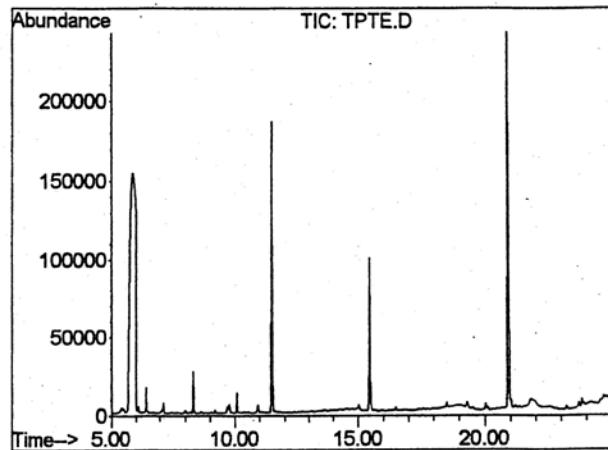
Rep = 29.5 EITL = 19.07 Entr = 14 FOCUS = 90 BMV = 1353

Relative abundances:

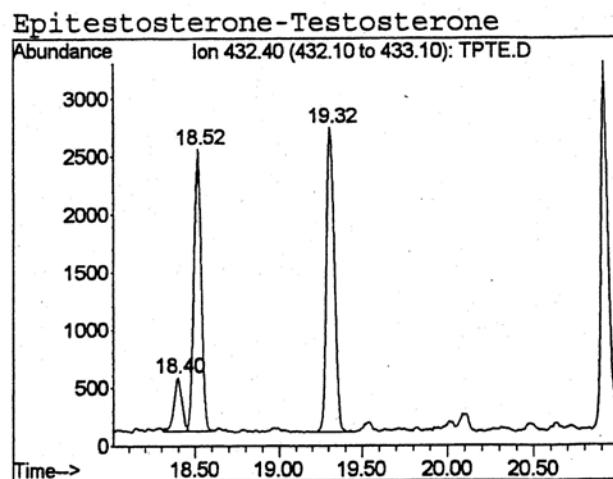
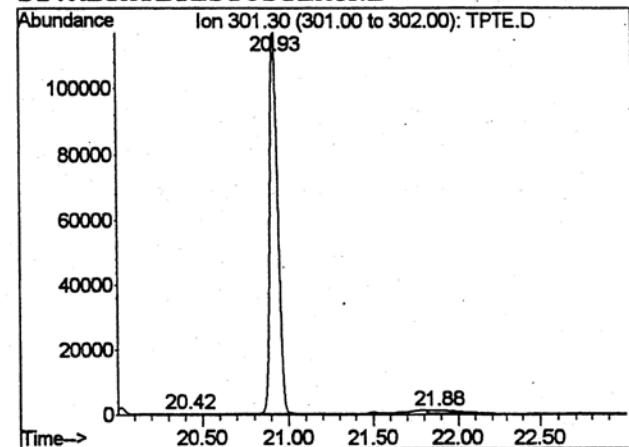
18/69 =	2.87	Water%
28/69 =	5.71	Nitrogen%
32/69 =	1.60	Oxygen%
44/69 =	0.89	Carbon Dioxide%
28/18 =	198.84	Nitrogen/Water%

File: D:\Msd20\juil06\2207\TPTE.D
Operator: 18
Date Acquired: 22 Jul 2006 16:29
Instrument: MSD 20
Method File: MAN27
Sample Name: tp te2
Misc Info:
Vial Number : 8

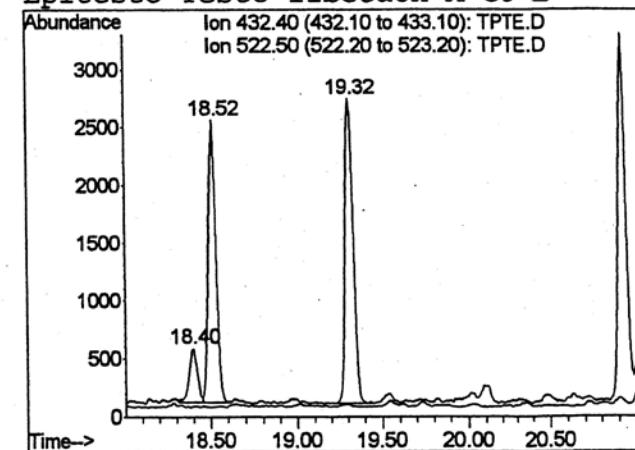
Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone



SI : METHYLTESTOSTERONE



Epitesto-Testo-11betaOH A et E



LNDD

ENREGISTREMENT

Code : E-FCR-04B
 Version : E
 Date : 29/05/2006
 Page : 1/1

FICHE D'ANALYSE / RESULTAT - CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE T/E

Paraphe : *E*

Echantillon :

178/07 995474

Dilution : 1/ 1

Ion de quantification Testo et Epitesto :

432

Ion de quantification SI :

301

Concentration de la référence 1 :

Testosterone:

30

Epitestosterone :

5

T/E théorique : 6

Concentration de la référence 2 :

Testostérone:

180

Epitestosterone :

30

T/E théorique : 6

Concentration de la référence 3 :

Testostérone:

360

Epitestosterone :

60

T/E théorique : 6

Fichier	Surface du SI	Surface Testosterone	Surface Epitestosterone
REF1 REFITE	4680010	1359912	181309
REF2 REF2TE	4212735	7964015	1100720
REF3 REF3TE	5428625	21495301	3350917
17807474	1397296	2621497	244818

RESULTAT DE L'ECHANTILLON

	Concentration Testosterone	Concentration Epitestostérone	Rapport T/E en surface
Valeur obtenue	172,0 ng/mL	17,6 ng/mL	
Valeur finale	172,0 ng/mL	17,6 ng/mL	10,7

Partie à remplir par le responsable

Seuil de déclaration du rapport T/E (en surface) : 4

Incertitude (liée à la méthode) pour le rapport T/E : 30% pour l'Epitestostérone : 30% pour la Testostérone : 20%.

Valeur basse du rapport T/E : 7,5

Résultat :

Anormal :

Valeur haute du rapport T/E : 13,9

Inclassable : Négatif :

Correction des concentrations en Testostérone et Epitestostérone par la densité (cf doc E-INC-03) :

Densité affichée	1,025	PARAPHE <i>E</i>
Numéro du réfractomètre	2	
Densité corrigée :	1,025	
Facteur de correction	0,74	
Concentration corrigée de Testostérone	197	
Concentration corrigée d'Epitestostérone	13	

Ecart n° :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

USADA 0223

207